

51

BUNDESREPUB DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



Int. Cl.:

C 07 c, 143/84

C 07 d, 18

C 08 f, 184

52

Deutsche Kl.:

12 o, 17/01

12 o, 17/03

12 p, 2

39 b4, 3/64

10

11

21

22

43

Offenlegungsschrift 2027 465

Aktenzeichen: P 20 27 465.1

Anmeldetag: 4. Juni 1970

Offenlegungstag: 9. Dezember 1971

Ausstellungspriorität: —

30

Unionspriorität

32

Datum: —

33

Land: —

31

Aktenzeichen: —

54

Bezeichnung:

Mit ungesättigten Gruppen substituierte N-Carbonylsulfonamide
und Verfahren zu ihrer Herstellung

61

Zusatz zu: —

62

Ausscheidung aus: —

71

Anmelder:

Kalle AG, 6202 Wiesbaden-Biebrich

Vertreter gem. § 16 PatG: —

72

Als Erfinder benannt:

Steppan, Hartmut, Dr., 6200 Wiesbaden;
Lüders, Walter, Dr., 6078 Neu-Isenburg

Benachrichtigung gemäß Art. 7 § 1 Abs. 2 Nr. 1 d. Ges. v. 4. 9. 1967 (BGBl. I S. 960): —

DT 2027 465

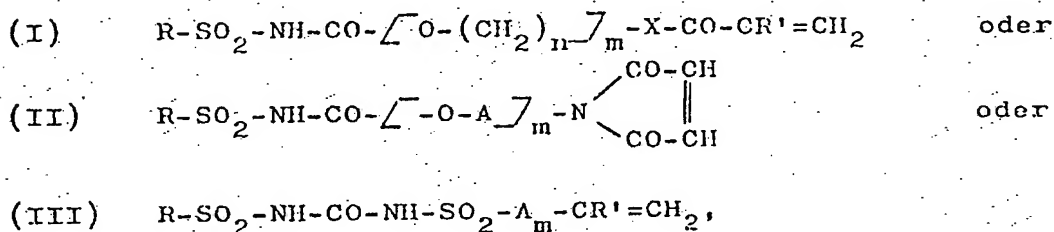
K 1959

FP-Dr.N.-ur 27. Mai 1970

Mit ungesättigten Gruppen substituierte N-Carbonylsulfonamide
und Verfahren zu ihrer Herstellung

Die Umsetzung von Sulfonylisocyanaten mit H-aciden Verbindungen ist lange bekannt (vgl. Ber. ^{chem.} dtsh. Ges. 37 (1904), 690). Es ist ebenfalls bekannt, Sulfonylisocyanate mit Polymeren, die Hydroxyl- oder Aminogruppen enthalten, umzusetzen (vgl. US-Patentschrift 3 422 075).

Gegenstand der Erfindung sind mit ungesättigten Gruppen substituierte N-Carbonylsulfonamide der Formel



in denen R einen gesättigten aliphatischen Alkyl- oder Alkoxyrest mit jeweils 1 bis 6, vorzugsweise 1 bis 3 Kohlenstoffatomen, der gegebenenfalls mit 1 bis 3 Halogenatomen, vorzugsweise Chloratomen, substituiert ist, einen cycloaliphatischen Alkylrest oder einen Aryl- oder Aryloxyrest mit jeweils 6 oder 10 Kohlenstoffatomen, der gegebenenfalls 1- bis 3fach mit Halogenatomen, vorzugsweise Chloratomen, und/oder Alkyl- oder Alkoxyresten mit jeweils 1 bis 6, vorzugsweise 1 bis 3 Kohlenstoffatomen substituiert ist, R' ein Wasserstoffatom oder einen Methylrest, X ein Sauerstoffatom oder eine Iminogruppe, A einen Phenylrest oder einen Alkylrest mit 1 bis 4, vorzugsweise 1 oder 2 Kohlenstoffatomen bedeutet, n eine ganze Zahl von 1 bis 4, vorzugsweise 1 oder 2, und m gleich 1 ist oder, wenn X eine Iminogruppe darstellt, auch Null sein kann.

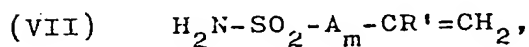
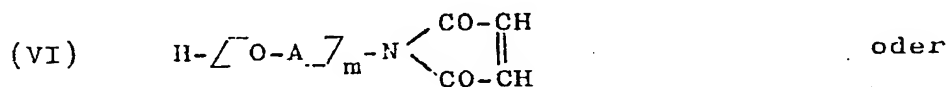
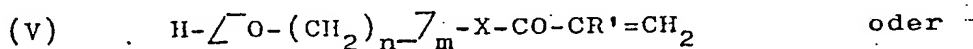
109850/1982

Best Available Copy

Gegenstand der Erfindung ist ferner ein Verfahren zur Herstellung von substituierten N-Carbonylsulfonamiden, das dadurch gekennzeichnet ist, daß ein Sulfonylisocyanat der Formel



in der R einen gesättigten aliphatischen Alkyl- oder Alkoxyrest mit jeweils 1 bis 6, vorzugsweise 1 bis 3 Kohlenstoffatomen, der gegebenenfalls mit 1 bis 3 Halogenatomen, vorzugsweise Chloratomen, substituiert ist, einen cycloaliphatischen Alkylrest oder einen Aryl- oder Aryloxyrest mit jeweils 6 oder 10 Kohlenstoffatomen, der gegebenenfalls 1- bis 3fach mit Halogenatomen, vorzugsweise Chloratomen, und/oder Alkyl- oder Alkoxyresten mit jeweils 1 bis 6, vorzugsweise 1 bis 3 Kohlenstoffatomen substituiert ist, bedeutet, mit einer H-aciden ungesättigten Verbindung der Formel



in denen R' ein Wasserstoffatom oder einen Methylrest, X ein Sauerstoffatom oder eine Iminogruppe, A einen Phenylenrest oder einen Alkylenrest mit 1 bis 4, vorzugsweise 1 oder 2 Kohlenstoffatomen bedeutet, n eine ganze Zahl von 1 bis 4, vorzugsweise 1 oder 2, und m gleich 1 ist oder, wenn X eine Iminogruppe darstellt, auch Null sein kann, umgesetzt wird.

109850/1982

Best Available Copy

Als Sulfonylisocyanate sind erfindungsgemäß zu verwenden Alkylsulfonylisocyanate, Cycloalkylsulfonylisocyanate, Alkoxysulfonylisocyanate, Halogenalkylsulfonylisocyanate, Halogenalkoxysulfonylisocyanate, Arylsulfonylisocyanate, Aryloxysulfonylisocyanate und mit Halogenatomen, Alkylresten und/oder Alkoxyresten substituierte Aryl- oder Aryloxysulfonylisocyanate, z.B. Methylsulfonylisocyanat, β -Chloräthylsulfonylisocyanat, Cyclohexylsulfonylisocyanat, Phenylsulfonylisocyanat, o-Tolylsulfonylisocyanat, m-Tolylsulfonylisocyanat, p-Tolylsulfonylisocyanat, 2-Chlorphenylsulfonylisocyanat, 3-Chlorphenylsulfonylisocyanat, 4-Chlorphenylsulfonylisocyanat, 4-Bromphenylsulfonylisocyanat, 4-Fluorphenylsulfonylisocyanat, 3,4-Dimethylphenylsulfonylisocyanat, 3,5-Dimethylphenylsulfonylisocyanat, 2,4,6-Trimethylphenylsulfonylisocyanat, 4-Äthylphenylsulfonylisocyanat, 3,4-Dichlorphenylsulfonylisocyanat, 2,5-Dichlorphenylsulfonylisocyanat, 3,5-Dichlorphenylsulfonylisocyanat, 4-Methoxyphenylsulfonylisocyanat, Naphtalin-1-sulfonylisocyanat, Phenoxysulfonylisocyanat, 2-Methylphenoxy-sulfonylisocyanat, 3-Methylphenoxy-sulfonylisocyanat, 4-Methylphenoxy-sulfonylisocyanat, 2,3-Dimethylphenoxy-sulfonylisocyanat, 2,4-Dimethylphenoxy-sulfonylisocyanat, 2,6-Dimethylphenoxy-sulfonylisocyanat, 4-Chlorphenoxy-sulfonylisocyanat, 4-Methoxyphenoxy-sulfonylisocyanat, 4-tert.-Butylphenoxy-sulfonylisocyanat, 4-Cyclohexylphenoxy-sulfonylisocyanat, 2,4,6-Trimethylphenoxy-sulfonylisocyanat.

Als H-acide ungesättigte Verbindungen werden verwendet (Meth-)Acrylsäure, (Meth-)Acrylsäure- ω -hydroxyalkylester, (Meth-)Acrylsäureamid, (Meth-)Acrylsäure-N-(ω -hydroxyalkyl)-amide, Maleinsäureimid, N-(ω -Hydroxyalkyl)-maleinsäureimide, N-Hydroxyphenyl-maleinsäureimide, ϵ -Alken-sulfonsäuren, ω -Alken-sulfonamide, Vinylphenyl-sulfonsäuren und Vinylphenylsulfonamide, z.B. Acrylsäure- β -hydroxyäthylester, Acrylsäure- γ -hydroxypropylester, Methacrylsäure- β -hydroxyäthylester, Methacrylsäure- γ -hydroxypropylester, Methacrylsäure- δ -hydroxybutylester, N-Methylolacrylamid, N-(β -Hydroxyäthyl)-acrylamid, N-Methylolmethacrylamid, N-Methylolmaleinimid, N-(p-Hydroxyphenyl)-maleinimid und Styrol-p-sulfonamid.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird bei Atmosphärendruck bei Temperaturen von 0 bis 100, vorzugsweise von 20 bis 80°C, insbesondere bei Raumtemperatur, durchgeführt. Es ist notwendig, das Verfahren unter wasserfreien Bedingungen, d.h. unter Feuchtigkeitsausschluß, durchzuführen.

Das erfindungsgemäße Verfahren wird vorteilhafterweise so durchgeführt, daß man einen Reaktionspartner in einem wasserfreien aromatischen Kohlenwasserstoff, vorzugsweise Benzol oder Toluol, oder in einem wasserfreien Äther, vorzugsweise Diäthyläther oder 1,4-Dioxan, löst und den zweiten Reaktionspartner, im gleichen oder in einem anderen Lösungsmittel gelöst, unter Rühren und Überleiten eines Inertgases, vorzugsweise Stickstoff, bei Raumtemperatur zutropft. Die Isolierung der Reaktionsprodukte geschieht entweder durch Abdampfen des Lösungsmittels, durch Kühlung auf 0°C oder durch Zugabe eines Fällungsmittels, z.B. eines aliphatischen Kohlenwasserstoffs wie n-Hexan oder n-Heptan, zur Reaktionsmischung. Die Reaktionsprodukte können aus einem geeigneten Lösungsmittel, z.B. Methanol, Äthanol, Toluol oder Diisopropyläther, umkristallisiert werden.

Die erfindungsgemäßen Verbindungen lassen sich als N-Sulfonyl-carbaminsäureester (N-Sulfonylurethane) bzw. als N-Sulfonylharnstoffe bezeichnen; als Beispiele seien genannt N-(p-Tolylsulfonyl)-carbaminsäure-(β -methacryloyloxy)-äthylester, N-(p-Tolylsulfonyl)-carbaminsäure-(γ -methacryloyloxy)-propylester, N-(β -Chloräthylsulfonyl)-carbaminsäure-(β -methacryloyloxy)-äthylester, N-(p-Tolylloxysulfonyl)-carbaminsäure-(β -methacryloyloxy)-äthylester, N-(2,6 Dimethyl-phenoxy-sulfonyl)-carbaminsäure-(β -methacryloyloxy)-äthylester, N-(p-Tolylsulfonyl)-carbaminsäure-(acrylamido)-methylester, N-(p-Tolylsulfonyl)-carbaminsäure-(maleinimido)-methylester, N-(β -Chloräthylsulfonyl)-carbaminsäure-(maleinimido)-methylester, N-(p-Tolylsulfonyl)-N'-acryloyl-harnstoff, N-(p-Tolylloxysulfonyl)-N'-acryloyl-harnstoff, N-(p-Tolylsulfonyl)-N'(p-vinylphenylsulfonyl)-harnstoff, N-(p-Tolylsulfonyl)-N'-maleoyl-harnstoff, N-(β -Chloräthylsulfonyl)-N'-maleoyl-harnstoff und N-(p-Tolylsulfonyl)-carbaminsäure-(p-N'-maleinimido)-phenylester.

109850/1982

BAD ORIGINAL

Die erfindungsgemäße Verbindungen sind radikalisch polymerisierbar und werden zur Herstellung von Homo- oder Copolymerisaten verwendet, die als Flockungsmittel, Dispergiermittel oder als Bindemittel für lichtempfindliche Schichten dienen.

Die in den folgenden Beispielen angegebenen Teile bedeuten Gewichtsteile; bei den Prozentangaben handelt es sich um Gewichtsprozent.

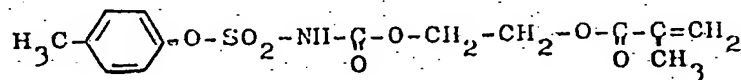
Beispiel 1

65 Teile β -Hydroxyäthylmethacrylat werden in 140 Teilen wasserfreiem Diäthyläther gelöst. Unter Rühren und Überleiten von Stickstoff wird bei Raumtemperatur eine Lösung von 115 Teilen p-Methylphenoxysulfonylisocyanat in 350 Teilen wasserfreiem Diäthyläther innerhalb 20 Minuten zugetropft. Das Gemisch wird auf 0°C gekühlt und bei dieser Temperatur 1 Stunde nachgerührt. Der entstandene weiße Niederschlag wird abgesaugt, aus Isopropyläther umkristallisiert und im Vakuumexsikkator getrocknet.

Ausbeute: 97,5 Prozent

Schmelzpunkt: 57°C

Die Elementaranalyse des erhaltenen N-(p-Methylphenoxysulfonyl)-carbaminsäure-(β -methacryloyloxy)-äthylesters



ergibt für die Summenformel $\text{C}_{14}\text{H}_{17}\text{NO}_7\text{S}$ (Molekulargewicht 343) folgende Prozentwerte:

Berechnet:	N 4,1	S 9,3
Gefunden:	N 3,9	S 9,3

BAD ORIGINAL

109850/1982

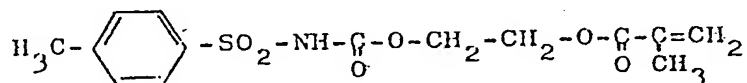
Best Available Copy

Beispiel 2

Zu einer Lösung von 66 Teilen p-Tolylsulfonylisocyanat in 70 Teilen wasserfreiem Toluol wird unter Rühren und Überleiten von Stickstoff bei Raumtemperatur eine Lösung von 38,5 Teilen β -Hydroxy-äthylmethacrylat in 45 Teilen wasserfreiem Toluol innerhalb 30 Minuten getropft. Das Gemisch wird auf 0°C gekühlt und 1 Stunde bei dieser Temperatur nachgerührt. Der entstandene weiße Niederschlag wird abgesaugt, aus Toluol umkristallisiert und im Vakuumexsikkator getrocknet.

Ausbeute: 92 Prozent
Schmelzpunkt: 79 bis 80°C

Die Elementaranalyse des erhaltenen N-(p-Tolylsulfonyl)-carbaminsäure-(β -methacryloxy)-äthylesters



ergibt für die Summenformel $\text{C}_{14}\text{H}_{17}\text{NO}_6\text{S}$ (Molekulargewicht 327) folgende Prozentwerte:

Berechnet:	N 4,3	S 9,8
Gefunden:	N 4,2	S 9,8

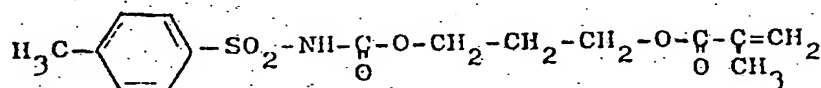
Beispiel 3

Zu einer Lösung von 66 Teilen p-Tolylsulfonylisocyanat in 70 Teilen wasserfreiem Toluol wird unter Rühren und Überleiten von Stickstoff bei Raumtemperatur eine Lösung von 42 Teilen γ -Hydroxypropylmethacrylat in 45 Teilen wasserfreiem Toluol innerhalb 30 Minuten getropft. Das Gemisch wird auf 0°C gekühlt und 1 Stunde bei dieser Temperatur nachgerührt. Der entstandene weiße Niederschlag wird abgesaugt, aus Toluol umkristallisiert und im Vakuumexsikkator getrocknet.

Ausbeute: 88 Prozent
Schmelzpunkt: 100 bis 103°C

109850/1982

Die Elementaranalyse des erhaltenen N-(p-Tolylsulfonyl)-carbaminsäure-(γ -methacryloyloxy)-propylesters



ergibt für die Summenformel $\text{C}_{15}\text{H}_{19}\text{NO}_6\text{S}$ (Molekulargewicht 341) folgende Prozentwerte:

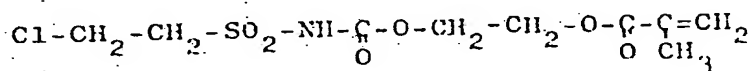
Berechnet:	N 4,1	S 9,3
Gefunden:	N 3,9	S 9,4

Beispiel 4

Zu einer Lösung von 17 Teilen β -Chloräthylsulfonylisocyanat in 22 Teilen wasserfreiem Diäthyläther werden bei Raumtemperatur unter Rühren und Überleiten von Stickstoff 11,5 Teile β -Hydroxy-äthyl-methacrylat, gelöst in 22 Teilen wasserfreiem Diäthyläther, innerhalb von 20 Minuten getropft. Das Gemisch wird 1 Stunde bei Raumtemperatur nachgerührt. Dann wird das Lösungsmittel im Vakuum abdestilliert, wobei ein wasserklares, hochviskoses Öl zurückbleibt.

Ausbeute: 95 Prozent

Die Elementaranalyse des erhaltenen N-(β -Chloräthylsulfonyl)-carbaminsäure-(β -methacryloyloxy)-äthylesters



ergibt für die Summenformel $\text{C}_9\text{H}_{14}\text{ClNO}_6\text{S}$ (Molekulargewicht 309,5) folgende Prozentwerte:

Berechnet:	N 4,5	S 10,3	Cl 11,5
Gefunden:	N 4,5	S 10,3	Cl 11,8

BAD ORIGINAL

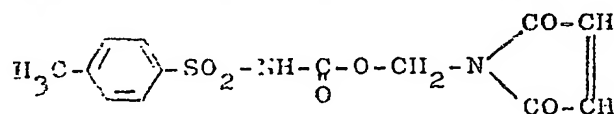
Beispiel 5

Eine Lösung von 39,4 Teilen p-Tolylsulfonylisocyanat in 36 Teilen wasserfreiem Diäthyläther wird unter Rühren und Überleiten von Stickstoff bei Raumtemperatur innerhalb 30 Minuten zu einer Suspension von 25,4 Teilen N-Methylolmaleinimid in 70 Teilen wasserfreiem Diäthyläther getropft. Nachdem das Gemisch 3 Stunden bei Raumtemperatur nachgerührt worden ist, wird der entstandene Niederschlag abgesaugt, aus Toluol umkristallisiert und bei 50°C unter Stickstoff getrocknet.

Ausbeute: 88 Prozent

Schmelzpunkt: 160°C

Die Elementaranalyse des erhaltenen N-(p-Tolylsulfonyl)-carbaminsäure-maleinimidomethylesters



ergibt für die Summenformel $C_{13}H_{12}N_2O_6S$ (Molekulargewicht 324) folgende Prozentwerte:

Berechnet:	N 8,65	S 9,9
Gefunden:	N 8,6	S 9,5

Beispiel 6

Unter gutem Rühren wird bei Raumtemperatur und unter Überleiten von Stickstoff zu einer Suspension von 25,4 Teilen N-Methylolmaleinimid in 70 Teilen wasserfreiem Diäthyläther eine Lösung von 34 Teilen β-Chloräthylsulfonylisocyanat in 36 Teilen wasserfreiem Diäthyläther getropft. Das Gemisch wird 5 Stunden bei Raumtemperatur nachgerührt, der entstandene Niederschlag wird abgesaugt, aus Äthanol umkristallisiert und bei 50°C unter Stickstoff getrocknet.

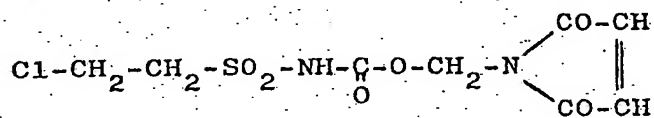
Ausbeute: 97 Prozent

Schmelzpunkt: 140 bis 142°C

109850/1982

ORIGINAL INSPECTED

Die Elementaranalyse des erhaltenen N-(β -Chloräthylsulfonyl)-carbaminsäure-maleinimidomethylesters



ergibt für die Summenformel $\text{C}_8\text{H}_9\text{ClN}_2\text{O}_6\text{S}$ (Molekulargewicht 296,5) folgende Prozentwerte:

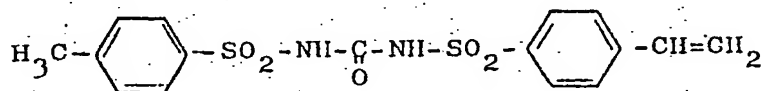
Berechnet:	N 9,4	S 10,8
Gefunden:	N 9,4	S 10,6

Beispiel 7

Zu einer Lösung von 91 Teilen p-Tolylsulfonylaminid in 500 Teilen wasserfreiem 1,4-Dioxan läßt man bei Raumtemperatur unter Rühren und Überleiten von Stickstoff eine Lösung von 100 Teilen p-Tolylsulfonylisocyanat in 250 Teilen wasserfreiem 1,4-Dioxan innerhalb 20 Minuten tropfen. Das Gemisch wird 1 Stunde bei Raumtemperatur nachgerührt und mit 650 Teilen n-Heptan versetzt. Der ausgefallene Niederschlag wird abgesaugt, aus Toluol umkristallisiert und im Vakuumexsikkator getrocknet.

Ausbeute:	42 Prozent
Schmelzpunkt:	125 bis 128°C

Die Elementaranalyse des erhaltenen N-(p-Tolylsulfonyl)-N'-(p-vinylphenylsulfonyl)-harnstoffs



ergibt für die Summenformel $\text{C}_{16}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}_2$ (Molekulargewicht 380) folgende Prozentwerte:

Berechnet:	N 7,4	S 16,8
Gefunden:	N 7,3	S 16,6

BAD ORIGINAL

109850/1982

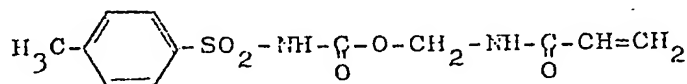
Best Available Copy

Beispiel 8

Zu einer Lösung von 10 Teilen N-Methylolacrylamid in 100 Teilen wasserfreiem 1,4-Dioxan wird innerhalb 20 Minuten unter Rühren und Überleiten von Stickstoff eine Lösung von 19,6 Teilen p-Tolylsulfonylisocyanat in 25 Teilen wasserfreiem 1,4-Dioxan getropft. Das Gemisch wird 1 Stunde bei Raumtemperatur nachgerührt, dann wird die Mischung mit 330 Teilen n-Hexan versetzt. Der daraufhin ausfallende Niederschlag wird abgesaugt und getrocknet.

Ausbeute: 82,5 Prozent
Schmelzpunkt: 117 bis 119°C

Die Elementaranalyse des erhaltenen N-(p-Tolylsulfonyl)-carbaminsäure-(acryloylamido)-methylesters



ergibt für die Summenformel $\text{C}_{12}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}$ (Molekulargewicht 298) folgende Prozentwerte:

Berechnet:	N 9,4	S 10,7
Gefunden:	N 9,2	S 10,7

Beispiel 9

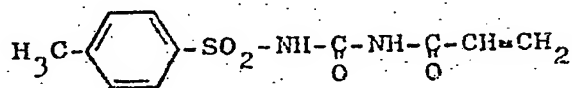
Zu einer Lösung von 35,5 Teilen Acrylamid in 250 Teilen wasserfreiem 1,4-Dioxan wird unter Rühren und Überleiten von Stickstoff bei Raumtemperatur innerhalb von 30 Minuten eine Lösung von 98,5 Teilen p-Tolylsulfonylisocyanat in 100 Teilen wasserfreiem 1,4-Dioxan getropft. Es wird 1 Stunde bei Raumtemperatur nachgerührt und mit 500 Teilen n-Hexan verdünnt. Der ausgefallene Niederschlag wird abgesaugt, aus Toluol umkristallisiert und bei 50°C unter Stickstoff getrocknet.

Ausbeute: 83 Prozent
Schmelzpunkt: 155 bis 160°C

109850/1982

BAD ORIGINAL

Die Elementaranalyse des erhaltenen N-(p-Tolylsulfonyl)-N'-acryloyl-harnstoffs



ergibt für die Summenformel $\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}$ (Molekulargewicht 268) folgende Prozentwerte:

Berechnet:	N 10,4	S 11,9
Gefunden:	N 10,4	S 11,0

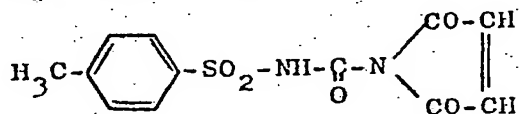
Beispiel 10

Zu einer Lösung von 9,7 Teilen Maleinimid in 100 Teilen wasserfreiem 1,4-Dioxan wird unter Rühren und Überleiten von Stickstoff bei Raumtemperatur innerhalb von 20 Minuten eine Lösung von 19 Teilen p-Tolylsulfonylisocyanat in 50 Teilen wasserfreiem 1,4-Dioxan getropft. Das Gemisch wird 1 Stunde bei Raumtemperatur und 30 Minuten bei 80°C nachgerührt; dann wird das Lösungsmittel im Vakuum abdestilliert. Der wachsähnliche Rückstand wird auf Tonteller gestrichen und bei Raumtemperatur getrocknet.

Ausbeute: 65 Prozent

Schmelzpunkt: 120°C

Die Elementaranalyse des erhaltenen N-(p-Tolylsulfonyl)-N'-maleoyl-harnstoffs

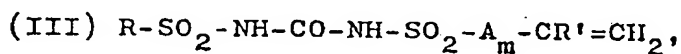
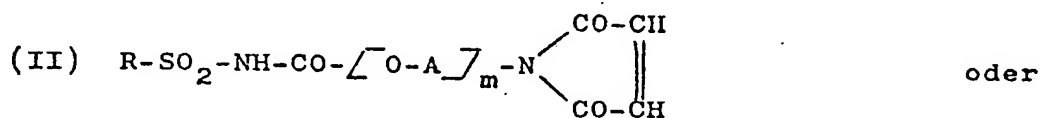
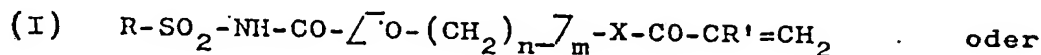


ergibt für die Summenformel $\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}_5\text{S}$ (Molekulargewicht 294) folgende Prozentwerte:

Berechnet:	N 9,5	S 10,9
Gefunden:	N 9,5	S 11,3

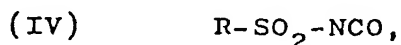
P a t e n t a n s p r ü c h e

- 1.) Mit ungesättigten Gruppen substituierte N-Carbonylsulfonamide der Formel



in denen R einen gesättigten aliphatischen Alkyl- oder Alkoxyrest mit jeweils 1 bis 6 Kohlenstoffatomen, der gegebenenfalls mit 1 bis 3 Halogenatomen substituiert ist, einen cycloaliphatischen Alkylrest oder einen Aryl- oder Aryloxyrest mit jeweils 6 oder 10 Kohlenstoffatomen, der gegebenenfalls 1- bis 3fach mit Halogenatomen und/oder Alkyl- oder Alkoxyresten mit jeweils 1 bis 6 Kohlenstoffatomen substituiert ist, R' ein Wasserstoffatom oder einen Methylrest, X ein Sauerstoffatom oder eine Iminogruppe, A einen Phenylrest oder einen Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen bedeutet, n eine ganze Zahl von 1 bis 4 und m gleich 1 ist oder, wenn X eine Iminogruppe darstellt, auch Null sein kann.

2. Verfahren zur Herstellung von substituierten N-Carbonylsulfonamiden, dadurch gekennzeichnet, daß ein Sulfonylisocyanat der Formel



in der R einen gesättigten aliphatischen Alkyl- oder Alkoxyrest mit jeweils 1 bis 6 Kohlenstoffatomen, der gegebenenfalls mit 1 bis 3 Halogenatomen substituiert ist, einen cycloaliphatischen Alkylrest oder einen Aryl- oder Aryloxyrest mit jeweils 6 oder 10 Kohlenstoffatomen, der gegebenenfalls 1- bis 3fach mit Halogenatomen und/oder Alkyl- oder Alkoxyresten mit jeweils 1 bis 6 Kohlenstoffatomen substituiert

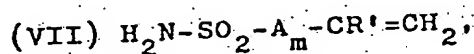
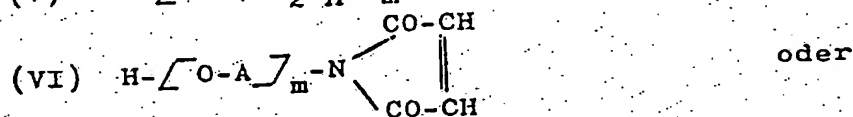
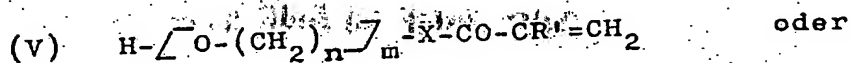
109850/1982

COPY

THIS PAGE BLANK (USPTO)

SECRET

ist, bedeutet, mit einer H-aciden ungesättigten Verbindung der Formel



in denen R' ein Wasserstoffatom oder einen Methylrest, X ein Sauerstoffatom oder eine Iminogruppe, A einen Phenylrest oder einen Alkylrest mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen bedeutet, n eine ganze Zahl von 1 bis 4 und m gleich 1 ist oder, wenn X eine Iminogruppe darstellt, auch Null sein kann, bei Temperaturen von 0 bis 100°C unter Inertgasatmosphäre umgesetzt wird.

THIS PAGE BLANK (USPTO)